

ВЛИЯНИЕ ВЫСОКОГО ДАВЛЕНИЯ НА ФАЗОВЫЕ ПРЕВРАЩЕНИЯ В НАНОПОРОШКОВОЙ КЕРАМИКЕ

Радченко Е. И.

Руководитель-канд. физ.–мат. наук Белоусов Н.Н.

ДонНУ, г. Донецк,

e.i.radchenko@mail.ru

Актуальность темы. Один из способов уменьшения неоднородности компактов [1], которая является следствием образования в нанокристаллических порошках конгломератов частиц различного структурного уровня – это использование операции компактирования в условиях высокого гидростатического давления (ВГД). Однако, воздействие ВГД вносит физические изменения в состояние компактируемого материала: под действием гидростатического давления происходят фазовые превращения, влияющие на процесс спекания и, в конечном счёте, на свойства керамики. Кроме этого, мартенситное превращение тетрагональной фазы в моноклинную может приводить к появлению новой поверхности раздела и структурным изменениям.

Цель работы. Исследовать характер структурных изменений в наноразмерной порошковой керамике при мартенситных превращениях, инициированных высоким гидростатическим давлением.

Материал и методика эксперимента. Исследования проводили на нанопорошках тетрагональной фазы состава $ZrO_2 + 3\% Y_2O_3$. Нанопорошки (размером $20 \div 30$ нм) были получены по хлорной технологии с последующим отжигом при $T_{отж} = 700^\circ C$. Компактирование порошков производилось методом гидростатического обжата в интервале давлений $2 \div 10$ кбар. Предварительно порошок заключался в формообразующую и эластичную изолирующую оболочку. Исследования проводились методом рентгеноструктурного анализа на дифрактометре ДРОН-3 в излучении Cu. Дифрактограммы оцифровывались при помощи программы GetData Graph Digitizer. Полученные данные обрабатывались в программе Origin7.0 при помощи модуля Peak Fit. Аппроксимация дифрактограмм была проведена псевдофункцией Фойгта, поскольку она обеспечивает наилучшее описание дифракционного отражения по сравнению с функциями Гаусса и Лоренца [2]. Размер частиц определяли по физическому уширению линии с учетом ширины кривой распределения интенсивности на половине высоты максимума (метод Селякова – Шеррера, $k = 0.94$) [2, 3]. Для определения процентного состава моноклинной и тетрагональной фаз в порошковой системе $ZrO_2 + 3\% Y_2O_3$ проведен количественный фазовый анализ, путём количественного сравнения интенсивностей линий фаз друг с другом, по формуле [3]:

$$C_m = \frac{I_m(111) + I_m(\bar{1}\bar{1}1)}{I_m(111) + I_m(\bar{1}\bar{1}1) + I_m(111)}$$

Результаты эксперимента и их объяснение. Известно [4], что в процессе компактирования порошковой системы $ZrO_2 + 3\% Y_2O_3$ в условиях

ВГД, проявляется её фазовая нестабильность. В данной системе обнаружено фазовое превращение тетрагональной фазы в моноклинную. На дифрактограммах (рис. 1) видны две линии моноклинной фазы и между ними линия тетрагональной фазы. Обнаружено, что с ростом давления увеличиваются интенсивности пиков моноклинной фазы и уменьшение пика тетрагональной фазы (рис. 1б).

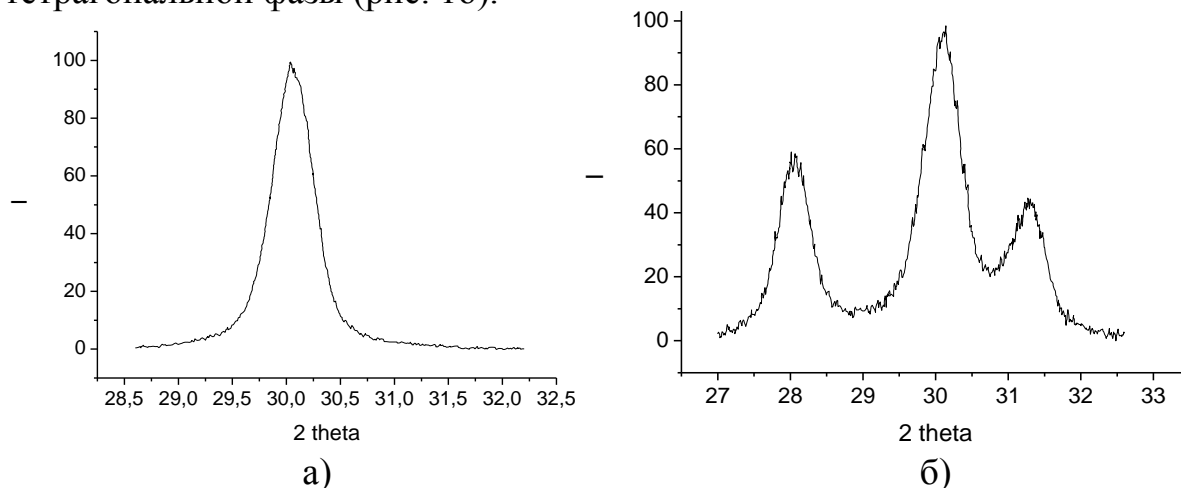


Рис.1. а) дифрактограмма исходного образца; б) дифрактограмма образца после обработки давлением 10 кбар.

Показано, что количество моноклинной фазы растёт с увеличением давления (рис. 2б). Кроме этого, обнаружено, что с увеличением давления обжата наблюдается уменьшение размера частиц порошка, оцененного по величине ОКР (рис. 2а).

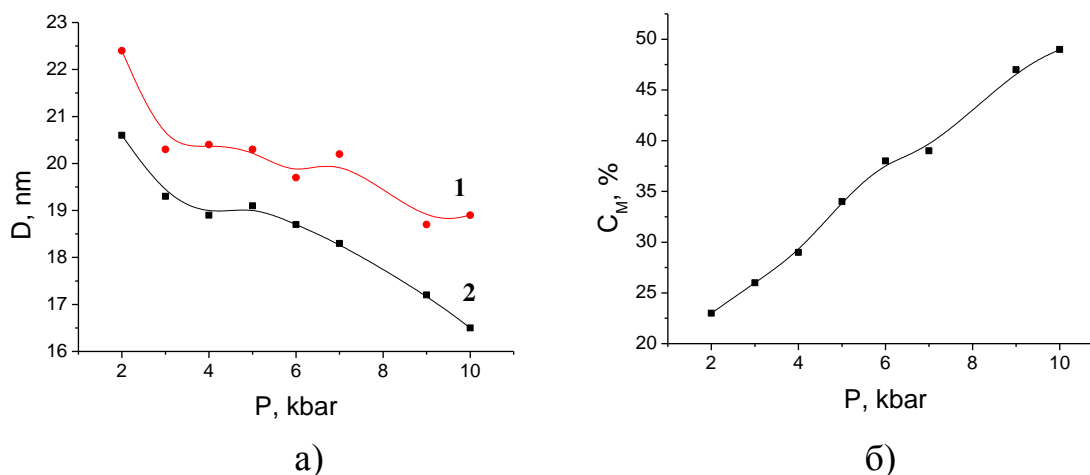


Рис. 2. а) зависимость размера ОКР моноклинной фазы (1) и тетрагональной фазы (2) от давления; б) зависимость количества моноклинной фазы от давления.

При компактировании нанопорошков влияние высокого гидростатического давления сводится к созданию внешнего распределённого деформирующего напряжения, которое через контактирующие с эластичной оболочкой поверхности структурных элементов передаётся в объём порошкового образца, создавая усилия необходимые для перемещения, уплотнения, деформации и разрушения этих структурных элементов [4].

В случае компактирования наноразмерных порошков на этапе уплотнения образуются агрегаты порошков. По мере уменьшения межагрегатных промежутков под влиянием ВГД наблюдается увеличение концентрации напряжений на контактирующих наноповерхностях частиц. В условиях наличия свободных поверхностей в сильно уплотняемом материале происходит индуцируемое напряжением мартенситное превращение тетрагональной Т-фазы в моноклинную М-фазу. По мере роста давления количество М – фазы увеличивается (на фоне уменьшения количества Т-фазы) с одновременным уменьшением размера ОКР обеих фаз. Такое изменение, вероятно, может быть связано с действием "размерного фактора".

Заключение. В условиях воздействия высокого давления (до 10 кбар) при обжиге нанопорошков (до 30 нм) системы $ZrO_2+3\%Y_2O_3$ происходит фазовое превращение исходной тетрагональной фазы в моноклинную. Методом рентгеноструктурного анализа обнаружено, что с ростом давления на фоне превращения тетрагональной фазы в моноклинную, происходят структурные изменения, связанные с изменением размеров ОКР.

Литература.

1. Прохоров И. Ю., Акимов Г. Я., Тимченко В. М., Васильев А. Д. Холодное изостатическое прессование как способ получения высокопрочных керамических материалов. Огнеупоры и техническая керамика. 1997. № 8. с.12–16.
2. Гусев А.И. Нано: материалы, структуры, технологии. – М.: Физматлит, 2005. – 410 с.
3. Игнатенко П. И., Иваницын Н. П. Рентгенография реальных кристаллов. Учеб. пособие для университетов и вузов. Донецк. 2000. 328 с.
4. Бейгельзимер Я. Е., Константинова Т. Е., Ляфер Е. И. Об уплотнении пористых материалов под гидростатическим давлением. Порошковые инструментальные стали; Сб. науч. тр. ИПМ. Киев. 1992. 96 с.